



Basic search | Number search | Advanced search | Boolean search | Help | We v

1

<<prev Showing record 2 of 2 **search results**



**JP59045107 A2** PatBase number: 6595689 |  Claims & Descriptions | Status |  In my list

**Title:** STORING OF POLYESTER GRNULE

**Abstract:**

Source: JP59045107A2 PURPOSE: To prevent the moisture content rate of granules during in-store from increasing, when polyester granules having alkylene terephthalate as the main recurring unit stored, by a method wherein directly after polymerized polyester is formed into granules, the smallest of the granules is crystallized. CONSTITUTION: Polyethylene terephthalate obtained by melt polymerizing dimethyl terephthalate and ethylene glycol is discharged, cooled and then cut to cylindrical pellets having a diameter 3mm and a length 4mm each. These pellets are divided into units of 300g. These units are brought into crystallizing treatment at 110W180°C, in heated steam for 2W5sec. Then, each sample is put in a beaker of 500cc, the upper portion of the beaker is kept left for a prescribed time in a room with a relative humidity 65%, a temperature 23°C and then hygroscopic amount is measured. After being stored for seven more days, pellets are dried for 3 hours in a fluidized bed in hot air of 150°C, the moisture rate of the pellets is measured to obtain always good results of approx. 0.005%.

**Assignee(s):** TEIJIN LTD

**Inventor(s):** SOGA AKIRA ; SUZUOKA AKIHIRO ; YAMAUCHI SHINICHI

**Published in:**

Country	Publication number	Publication date	Application number	Application date	Desc
JAPAN	<input checked="" type="checkbox"/> JP59045107 A2	Mar 13, 1984	JP19820154513	Sep 7, 1982	APPLIC

**Priority:** JP19820154513 19820907

**International class:** B29B13/06 (Advanced/Invention);  
B29B13/00 (Core/Invention)

**European class:** B29B13/06B

**Cited documents:** JP51090785,

Hide information...

<<prev Showing record 2 of 2 **search results**

Basic search | Number search | Advanced search | Boolean search | Help

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—45107

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 29 B 1/00  
// B 29 B 3/04

識別記号

厅内整理番号  
7112—4F  
7112—4F

⑯公開 昭和59年(1984)3月13日  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全3頁)

## ⑰ ポリエスチル粉粒体の貯蔵方法

松山市北吉田町77番地帝人株式会社松山工場内

⑱ 特 願 昭57—154513

⑲ 発明者 曾我旺

⑳ 出 願 昭57(1982)9月7日

松山市北吉田町77番地帝人株式

㉑ 発明者 鈴岡章黄

会社松山工場内

松山市北吉田町77番地帝人株式会社松山工場内

㉒ 出 願 帝人株式会社

㉓ 発明者 山内伸一

大阪市東区南本町1丁目11番地

㉔ 代 理 人 弁理士 前田純博

## 明細書

## 1. 発明の名称

ポリエスチル粉粒体の貯蔵方法

## 2. 特許請求の範囲

1 アルキレンテレフタレートを中心とする繰返単位とするポリエスチル粉粒体を貯蔵するに際し、重合終了後のポリエスチルを粉粒体とした後、直ちに、該粉粒体の少なくとも表層部を結晶化せしめて貯蔵することを特徴とするポリエスチル粉粒体の貯蔵方法。

2 粉粒体表層部の結晶化層の厚さが20μ以上である特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 結晶化を110℃以上の加熱水蒸気で行なう特許請求の範囲第1項又は第2項記載の方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明はポリエスチル粉粒体をバンカー等に貯蔵する際に粉粒体の含有水分率上界を極力少なくする貯蔵方法に関するものである。ポリエ

ステルは通常溶融重合後にペレット状、チップ状または粉状等の粉粒体としホッパーあるいはバンカー等に長時間貯蔵され、必要に応じて取り出され、糸、フィルム、ボトル等に成形される。

ところで、ポリエスチルは、水分を含有したまま溶融すると、エステル結合が加水分解をして重合度が低下し、紡糸又は成形して得られた製品の品質を著しく低下させる原因となる。このため、ポリエスチルの溶融紡糸又は溶融成形に際し、溶融前に該ポリエスチルを粉粒体の状態で十分加熱乾燥し、水分をできるだけ除去しておくことが行われている。

この乾燥工程では、十分な温度と時間をかけて粉粒体を加熱乾燥し、溶融工程において水分による重合度低下が起らなくなるようにしているにもかかわらず、加熱乾燥後の粉粒体に大幅な水分率の変動が生ずるのを防ぐことができない。

本発明者等は、この原因について、種々調査

検討を重ねた結果、乾燥前の粉粒体が貯蔵中に水分を吸収すると乾燥工程で十分な乾燥が行なえなくなり、乾燥後の粉粒体の水分率が上昇することを見出し、貯蔵中の粉粒体が水分を吸収しないようにすればこの問題を解消しうることを発明して本発明に到達した。

即ち、本発明は、アルキレンテレフタレートを主たる繰返単位とするポリエステル粉粒体を貯蔵するに際し、重合終了後のポリエステルを粉粒体となした後、直ちに、該粉粒体の少なくとも表面部を結晶化せしめて貯蔵することを特徴とするポリエステル粉粒体の貯蔵方法である。

本発明におけるポリエステルは、アルキレンテレフタレートを主たる繰返単位とするもので、特にエチレンテレフタレートを主たる繰返単位とするものが好ましい。第3成分として、例えば、アシビン酸、セバシン酸、イソフタル酸、5-ソジウムスルホイソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、等の二塩基酸類、オキシ安息香酸の如きオキシ酸類、及びジエチレングリコール、

- 3 -

の水分率が上昇するようなことがない。粉粒体内部に水分が吸収されるのを防止するには、その表面部のみを結晶化させておけば十分であり、表面部結晶化層の厚さは、20μ以上、特に40μ以上とするのが好ましい。粉粒体の全体を完全に結晶化させてもよいことはいうまでもない。

粉粒体を結晶化させるには、110℃以上の加熱水蒸気で処理するのが好適であり、この加熱水蒸気は、饱和水蒸気であつても、スーパーヒートされた水蒸気であつてもよい。該粉粒体の水分含有率の増加を防止するといふいで、なるべく120℃ないし200℃のスーパーヒートされた水蒸気が好ましい。また加熱水蒸気温度は、なるべく高温が望ましいが、温度をあまり高くしすぎると該ポリエステルの分解反応が促進されることより200℃以下程度で結晶化処理することが好ましい。

更に、加熱水蒸気で結晶化する場合には、粉粒体長時間にわたって、水蒸気雰囲気中に曝露

ル、プロピレングリコール、ネオベンチルグリコール、ベンタエリスリトール、ポリエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、等のグリコール類を10モル%以下共重合させてもよく、また、他のポリマーを10重量%以下ブレンドしたものでもよい。

また該ポリエステルには酸化チタン等の顔料、難燃剤、耐候、耐熱剤、リン化合物等の着色安定剤、端端防止剤、蛍光増白剤、ホウ素化合物等の公知の粘度安定剤等が含まれてもよい。

本発明におけるポリエステル粉粒体とは、チップ、ペレット、フレーク、粉末状のポリエステルを意味する。

溶融紡糸、成形に先立つて、粉粒体の乾燥を行なうまでの間は、該粉粒体は、少なくともその表面部を結晶化させた状態で貯蔵する必要がある。少なくとも表面部を結晶化させておくことによつて、粉粒体内部に水分が吸収されるのが防止され、乾燥前の粉粒体の水分率が増大するようなことがなく、従つて、乾燥後の粉粒体

- 4 -

しておくと、粉粒体の水分率が増加することになるので、なるべく短時間で処理するのが好ましい。処理時間を短縮させることは、省エネルギー及び生産効率の向上のうえからも好ましい。

更に、本発明においては、粉粒体の結晶化処理を、重合終了後粉粒体を形成した直後に行なうことが必要である。粉粒体形成後、時間が経過してかし結晶化処理を施したのでは、その間に粉粒体が水分を吸収してしまうので効果が半減してしまう。

このように、本発明方法によれば、貯蔵中の粉粒体の水分含有率増加を防止し、乾燥後の粉粒体の水分率上昇を防ぐことができ、溶融紡糸、成形時に製品が加水分解によつて劣化するのを阻止することができる。また、本発明方法では、貯蔵中の粉粒体がすでに結晶化されているから、従来行なわれているように、乾燥直前に粘着防止のために粉粒体を結晶化させる必要もない。

以下、実施例により本発明方法を説明する。

- 5 -

## 実施例 1 ~ 3 , 比較例 1 ~ 2

ジメチルテレフタレートとエチレンダリコールを溶解重合して得た融点 25.7°C、僅温粘度 [η] 0.64 のポリエチレンテレフタートを、吐出、急冷後、切斷して、直徑 3 mm、長さ 4 cm の円柱状ペレットとなし、これをそれぞれ 300 個づつとり、直ちに次表に示す条件で加熱水蒸気による結晶化処理を施した。尚、吐出、切斷直後のペレットの水分率は 0.05% であった。

次いで各サンプルを 500 CC のビーカーに入れ上部を開放したまま相対湿度 65%、温度 23°C の室内に所定時間放置して吸湿量を測定し、更に 7 日間貯蔵したものについて 150°C の熱風による流動床上で 3 時間乾燥し、ペレットの水分率を測定した。

尚、比較のために結晶化処理を施さないペレットについても実施例と同様なテストを行つた(比較例 1)。但し、比較例 1においては、ペレットの乾燥直前に 110°C の加熱水蒸気で 2 秒間結晶化処理を施した。

- 7 -

- 8 -

## 実施例 4 ~ 6 , 比較例 3 ~ 4

実施例 1 ~ 3 、比較例 1 ~ 2 において、ペレットを、相対湿度 95%、温度 23°C の空気中で貯蔵するように変更し、その他の条件はそのままとして実験をくりかえした。結果を次表に示す。この結果からも、本発明方法によれば、貯蔵中のペレットの吸湿量が少なく、乾燥後のペレットの水分率も低くなることが明らかである。

加熱水蒸気処理条件	温度 (C)	処理時間 (分)	表面結晶化層の厚さ (μ)	吸湿量 (重量%)				乾燥後ペレットの水分率 (重量%)
				1	3	5	7	
比較例 1	-	-	0	0.15	0.22	0.28	0.33	0.011
# 2	90	10	0	0.14	0.22	0.26	0.34	0.010
実施例 1	110	2	20	0.10	0.14	0.18	0.23	0.005
# 2	125	2	50	0.08	0.10	0.15	0.20	0.005
# 3	180	5	100	0.05	0.08	0.12	0.17	0.004

△	貯蔵ペレット	吸湿量 (重量%)				乾燥後ペレットの水分率 (重量%)	
		貯蔵日数					
		1	2	3	4		
比較例 3	比較例 1 と同じ	0.38	0.55	0.67	0.75	0.025	
# 4	比較例 2 //	0.37	0.56	0.67	0.74	0.025	
実施例 4	実施例 1 //	0.28	0.45	0.53	0.59	0.015	
# 5	実施例 2 //	0.25	0.40	0.48	0.56	0.015	
# 6	実施例 3 //	0.20	0.35	0.40	0.48	0.012	

特許出願人 帝人株式会社  
代理人弁理士 前田純一

- 9 -

- 10 -